



中华人民共和国国家标准

GB 22621—2008

霜霉威原药

Propamocarb technical

2008-12-17 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第 3 章、第 5 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:农业部农药检定所。

本标准主要起草人:李友顺、吴进龙、王小丽、陈铁春、单炜力。

霜 霉 威 原 药

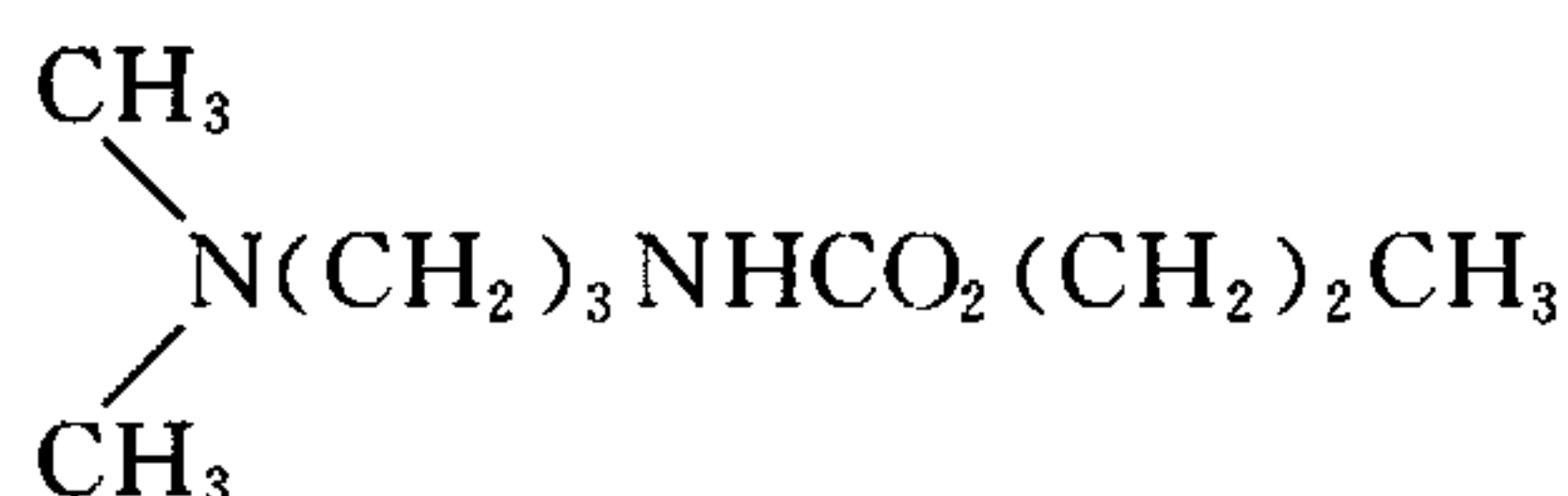
该产品有效成分霜霉威的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：propamocarb

CAS 登录号：24579-73-5

化学名称：*N*-[3-(二甲基氨基)丙基]氨基甲酸丙酯

结构式：



实验式： $\text{C}_9\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$

相对分子质量：188.3(按 2007 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

蒸气压：730 mPa(25 °C)

溶解度：水 > 900 g/L(pH7.0, 20 °C)，己烷 > 883、甲醇 > 933、二氯甲烷 > 937、甲苯 > 852、丙酮 > 921、乙酸乙酯 > 856(均为 g/L, 20 °C)

1 范围

本标准规定了霜霉威原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由霜霉威和生产中产生的杂质组成的霜霉威原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

GB 20813 农药产品标签通则

3 要求

3.1 外观：应是浅黄色至黄色油状均相液体。

3.2 霜霉威原药应符合表 1 要求。

表 1 霜霉威原药控制项目指标

项 目	指 标
霜霉威质量分数/% ≥	95.0
水分质量分数/% ≤	0.5
pH 值范围	10.0~12.0
丙酮不溶物质量分数 ^a /% ≤	0.3
^a 在正常生产情况下,丙酮不溶物的质量分数每 3 个月至少检验 1 次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量应不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与霜霉威质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一个色谱峰的保留时间与标样溶液中霜霉威色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样的红外光谱与霜霉威的标准红外光谱图(见图 1),应没有明显区别。

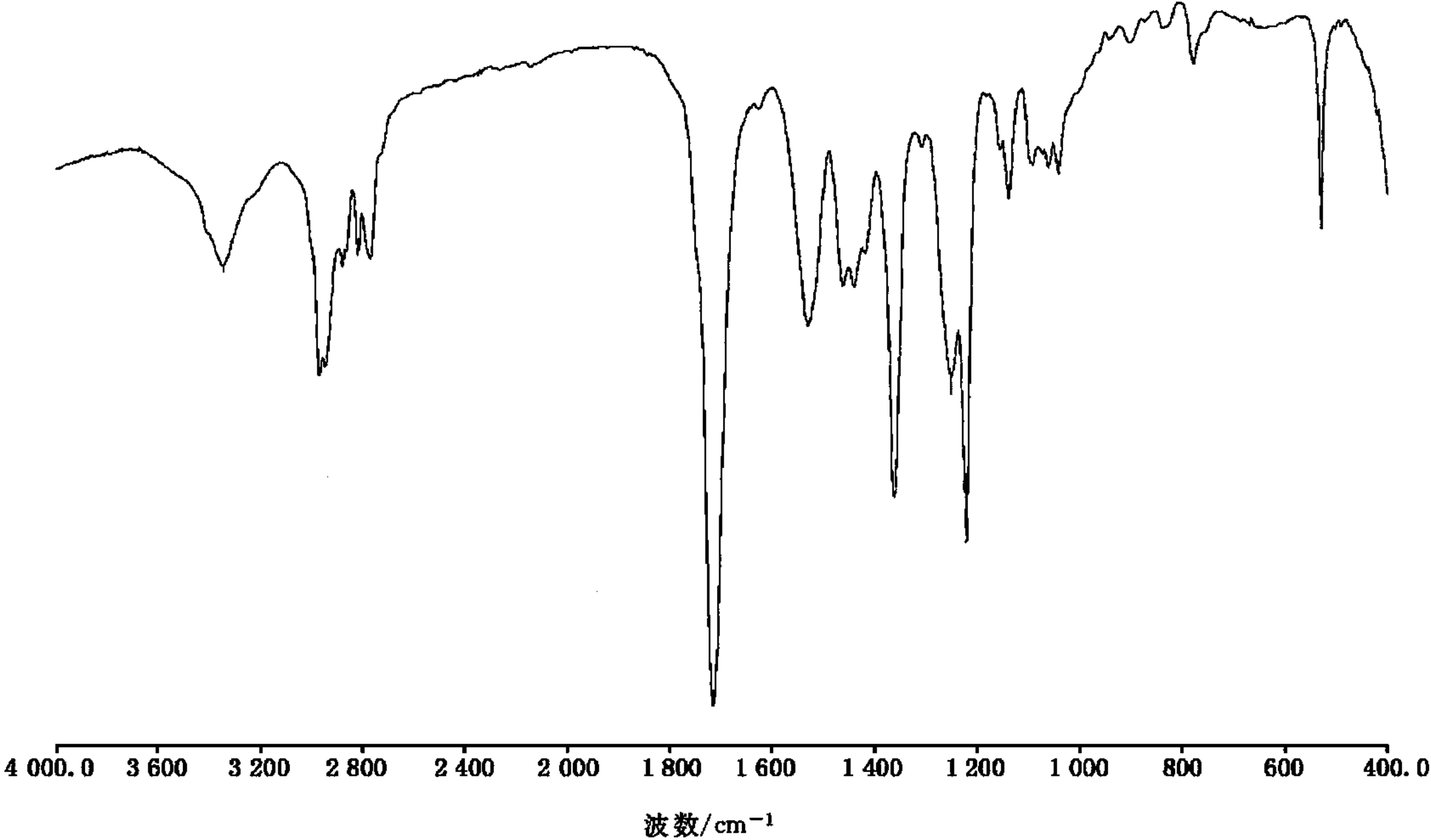


图 1 霜霉威的标准红外光谱图

4.3 霜霉威质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用蒸馏水溶解,以乙腈+1.5%氨水为流动相,使用以杂化硅胶为填料且耐碱性条件的 C₁₈ 不锈钢柱和紫外检测器,以外标法对试样中的霜霉威进行反相高效液相色谱分离和测定。也可采用以 Si 100 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器进行检测,色谱操作条件见附录 A。

4.3.2 试剂和溶液

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

霜霉威标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:150 mm×3.9 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 XTerra RP18、5 μm 填充物(或其他同等效果色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

微量进样器:50 μL ;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (乙腈:1.5%氨水)=20:80;

流动相流量:1.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:210 nm;

进样体积:20 μL ;

保留时间:霜霉威约 5.9 min。

上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的霜霉威原药高效液相色谱图见图 2。

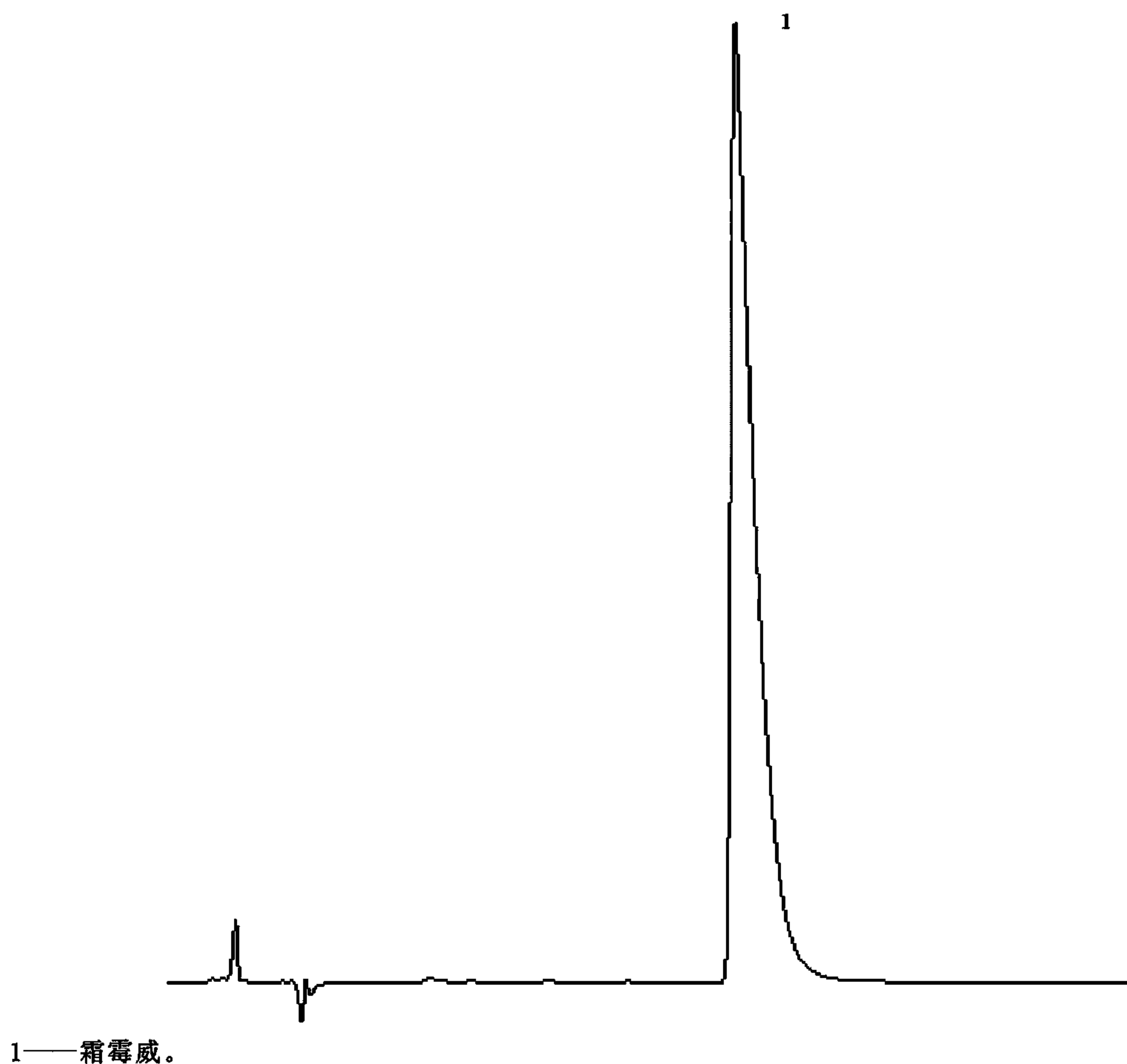


图 2 霜霉威原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取霜霉威标样约 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液配制

称取含霜霉威约 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水溶解并稀释至刻度,摇匀。经 0.45 μm 滤膜过滤,待用。

4.3.5.3 1.5%氨水的配制

1 000 mL 蒸馏水中,准确加入 15 mL 质量分数约为 25%的氨水,摇匀。经 0.45 μm 滤膜过滤,待用。

4.3.5.4 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针霜霉威峰面积相对变化小于 1.5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中霜霉威峰面积分别进行平均。试样中霜霉威的质量分数 $w_1(\%)$ 按(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- A_1 ——标样溶液中霜霉威峰面积的平均值;
- A_2 ——试样溶液中霜霉威峰面积的平均值;
- m_1 ——霜霉威标样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- w ——标样中霜霉威的质量分数,以%表示。

4.3.7 允许差

霜霉威质量分数的两次平行测定结果之差,应不大于 1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休法”进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 丙酮不溶物的质量分数的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

- 5.1 霜霉威原药的标志、标签和包装,应符合 GB 20813 和 GB 3796 的规定。
- 5.2 霜霉威原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的钢桶或纸板桶包装,每袋净含量一般为 25 kg。也可以根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。
- 5.3 霜霉威原药包装件应存放在通风、干燥的库房中,堆放方式应符合安全、搬运方便的原则。
- 5.4 贮运时,严防潮湿和日晒,避免渗入地面;不得与食物、饮料、动物饲料混放;避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。
- 5.5 安全:霜霉威原药是一种有毒的杀菌剂,对人体有害。使用时,应戴好防护手套、口罩、穿干净防护

服,使用后应立即用肥皂和水洗净。如药剂接触皮肤,应立即用肥皂和清水冲洗;如溅入眼中,应立即用大量清水冲洗;必要时请医生诊治。如有误服,切勿催吐,请医生诊治,漱口并且饮用大量水,服下活性炭。

5.6 验收期:霜霉威原药验收期为1个月。从交货之日起,在1个月内完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

附 录 A
(资料性附录)

液相色谱法测定霜霉威质量分数的方法(CIPAC 方法)

A.1 方法提要

试样用甲醇+水溶解,以甲醇+水+氨水为流动相,使用以 Si 100 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的霜霉威进行高效液相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯;
水:新蒸二次蒸馏水;
氨水溶液:25%(质量分数);
混合溶液: ϕ (甲醇:水)=80:20;
霜霉威标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

A.3 仪器

液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;
色谱数据处理机或色谱工作站;
色谱柱:Lichrosorb Si 100,250 mm $\times$ 4 mm(i.d.),5 μ m 不锈钢柱(或其他同等效果色谱柱);
过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;
微量进样器:50 μ L。

A.4 液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇:水:氨水)=800:192:8;
流动相流量:1.0 mL/min;
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);
检测波长:210 nm;
进样体积:10 μ L;
保留时间:霜霉威约 7.4 min。

上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的霜霉威原药的液相色谱图见图 A.1。

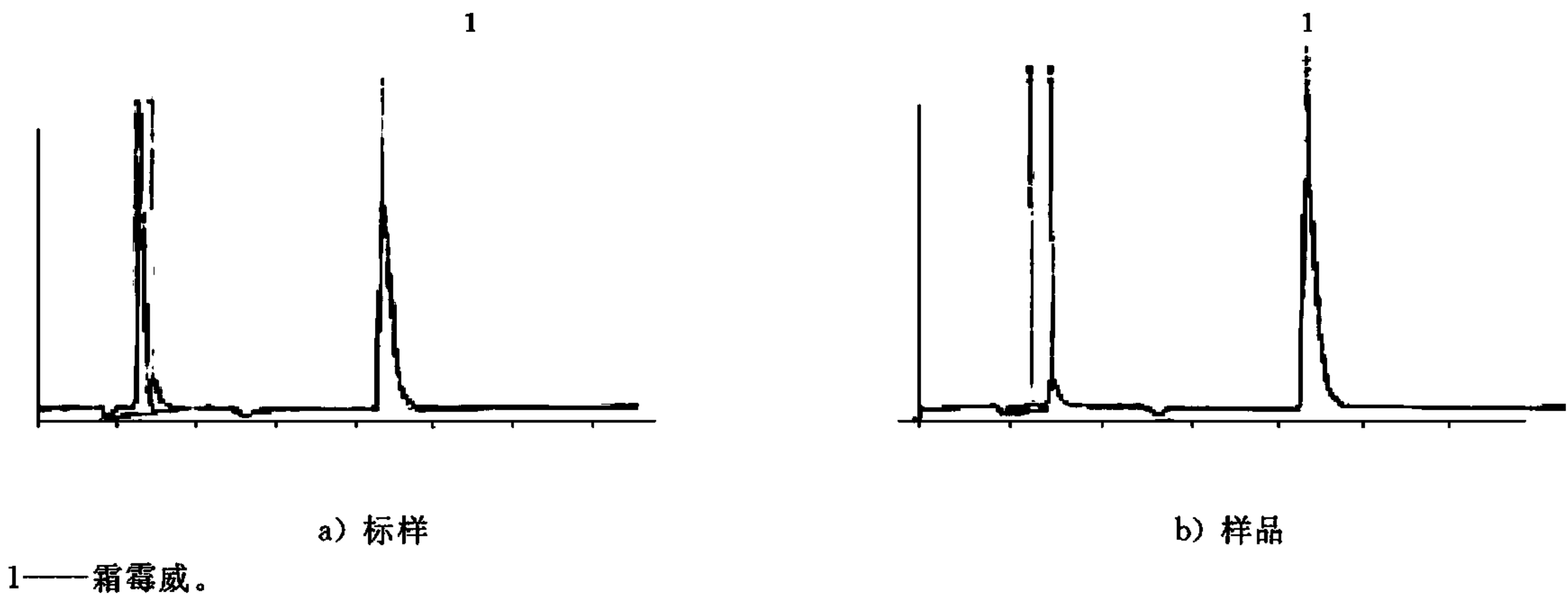


图 A.1 霜霉威原药的液相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

准确称取约 0.175 g(精确至 0.000 2 g)的霜霉威于 100 mL 的容量瓶中,用混合溶液溶解,并定容至刻度,摇匀备用。

A.5.2 试样溶液的配制

准确称取约含霜霉威 0.2 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于 100 mL 容量瓶中,用混合溶液溶解,并定容至刻度,摇匀备用。经 0.45 μm 滤膜过滤,待用。

A.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针霜霉威峰面积相对变化小于 1.5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

A.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中霜霉威峰面积分别进行平均。试样中霜霉威的质量分数 w_1 (%)按式(A.1)进行计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中霜霉威峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中霜霉威峰面积的平均值;

m_1 ——霜霉威标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中霜霉威的质量分数,以%表示。

A.7 允许差

霜霉威质量分数的两次平行测定结果之差,应不大于 1.5%,取其算术平均值作为测定结果。